

File 351:Derwent WPI 1963-2003/UD,UM &UP=200336
(c) 2003 Thomson Derwent

2/5/1
DIALOG(R)File 351:Derwent WPI
(c) 2003 Thomson Derwent. All rts. reserv.

002207967

WPI Acc No: 1979-07112B/197904

UV hardening coating compsns. - contg. (meth)acrylic acid etherified
hydroxy-polyester resin, a vinyl cpd., a photoinitiator and a
polyisocyanate

Patent Assignee: AKZO NV (ALKU)

Number of Countries: 007 Number of Patents: 007

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
NL 7707669	A	19790110				197904 B
EP 407	A	19790124				197905
JP 54017967	A	19790209				197911
US 4212901	A	19800715				198031
EP 407	B	19820908				198237
DE 2862023	G	19821028				198244
JP 83029976	B	19830625				198329

Priority Applications (No Type Date): NL 777669 A 19770708

Cited Patents: FR 2277863; NL 7508180

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
EP 407	A				

Designated States (Regional): BE DE FR GB NL

EP 407	B	E
--------	---	---

Designated States (Regional): BE DE FR GB NL

Abstract (Basic): NL 7707669 A

UV-curing coating compsns. are based on (a) a (meth)acrylic acid-esterified polyester resin with a OH value of 50-250 and an alkylenic unsaturation equiv. wt. of 200-10000g, (b) a polyisocyanate in an amt. of 0.7 to 1.3 equivs. NCO per equiv. OH in the compsn. (c) a vinyl cpd. and (d) a photo-initiator.

The coatings cure within a few seconds on exposure to UV light at a wave length of 200-600 nm to hard finishes with good flexibility. The compsns. are solvent-free and can be used e.g. for car finishes and car repair finishes, coil coating, can coating, and for coating other substrates such as metals, plastics, wood, plywood, chipboard, hardboard, furniture, cardboard, and paper.

Title Terms: ULTRAVIOLET; HARDEN; COATING; COMPOSITION; CONTAIN; METHO;
ACRYLIC; ACID; ETHERIFICATION; HYDROXY; POLYESTER; RESIN; VINYL; COMPOUND
; PHOTOINITIATOR; POLY; ISOCYANATE

Index Terms/Additional Words: METHACRYLIC; POLYACRYLIC; POLYMETHACRYLIC;
POLYVINYL

Derwent Class: A25; A82; G02; P42

International Patent Class (Additional): B05D-003/06; C08F-002/48;
C08F-283/00; C08F-299/06; C08G-018/42; C08J-007/04; C09D-003/64;

C09D-005/00.

File Segment: CPI; EngPI

Octrooiraad



[10] A **Terinzagelegging** [11] **7707669**

Nederland

[19] NL

[54] Werkwijze voor het bekleden van een substraat met een stralingshardbare bekledingscompositie.

[51] Int.Cl.²: C08F283/00, B05D3/06, C08G18/42, C09D3/64, C09D3/72.

[71] Aanvrager: AKZO N.V. te Arnhem.

[74] Gem.: Ir. R. Sieders c.s.
Postbus 314
6800 AH Arnhem.

[21] Aanvraag Nr. 7707669.

[22] Ingediend 8 juli 1977.

[32] --

[33] --

[31] --

[23] --

[61] --

[62] --

[43] Ter inzage gelegd 10 januari 1979.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediend beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Akzo N.V., Arnhem.

Werkwijze voor het bekleden van een substraat met een stralingshardbare bekledingscompositie.

5 De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bekleden van een substraat met een stralingshardbare bekledingscompositie op basis van een met acrylzuur en/of methacrylzuur veresterde polyesterhars, een vinylverbinding en een photo-initiator, waarbij de bekledingscompositie wordt gedroogd onder invloed van ultraviolet licht met
10 een golflengte van 200 tot 600 nm.

Een soortgelijke werkwijze is bekend uit het Engelse octrooischrift 1 286 591, waarbij echter van een elektronenbundel als ioniserende straling gebruik gemaakt wordt en waarbij geen photo-initiator aanwezig behoeft te zijn.

15 Bij toepassing van ultraviolet licht als ioniserende straling zal de vakman gewoonlijk een photo-initiator in de bekledingscompositie opnemen.

De uitvinding beoogt nu een werkwijze te verschaffen die gemakkelijk technisch uitvoerbaar is, waarbij eenvoudige
20 apparatuur kan worden toegepast. Voorts kan volgens de uitvinding een oplosmiddelvrije compositie worden gebruikt, welke, na aanbrenging op een substraat, na belichting gedurende enkele seconden met een UV-lamp stofdroog is, zodat het beklede substraat onmiddellijk verder verwerk-
25 baar is. Ondanks de korte belichtingstijd verkrijgt de bekledingslaag eenzelfde hardheid als na moffelen. Een belangrijk voordeel is voorts dat de bekledingslaag zowel een goede hardheid als een goede flexibiliteit bezit.

De werkwijze volgens de uitvinding wordt nu hierdoor
30 gekenmerkt, dat de met (meth)acrylzuur veresterde polyesterhars een hydroxylgetal van 50 tot 250 en een alkenisch

7707669

onverzadigingsequivalentgewicht van 200 tot 10.000 gram bezit en dat de bekledingscompositie tevens een polyisocyaanaat bevat in een hoeveelheid van 0,7 tot 1,3 equivalent isocyaanaat per equivalent hydroxyl dat in de compositie aanwezig is.

De ongemodificeerde polyesterhars kan op elke geschikte wijze worden bereid en is in het algemeen opgebouwd uit één of meer alifatische en/of cycloalifatische één-, twee- en/of meerwaardige alcoholen en één of meer alifatische, cycloalifatische en/of aromatische twee- of meerwaardige carbonzuren met eventueel één of meer éénwaardige carbonzuren en/of esters daarvan. Geschikte alcoholen zijn onder meer benzylalcohol, ethyleenglycol, propyleenglycol, neopentylglycol, hexaandiol, dimethylolcyclohexaan, 2,2-propaan-bis(4-hydroxycyclohexaan), 1,1'-isopropylideen-bis-(p-fenyleenoxy)-diethanol-2, diethyleenglycol, glycerol, trimethylolethaan, trimethylolpropaan, pentaerythritol en/of dipentaerythritol. In plaats van of naast de alcoholverbinding(en) kunnen één of meer epoxyverbindingen worden toegepast, bijvoorbeeld ethyleenoxyde, propyleenoxyde, epoxypropanol en isodecaanzure glycidylester. Geschikte twee- of meerwaardige carbonzuren zijn onder meer maleïnezuur, fumaarzuur, itaconzuur, citraconzuur, malonzuur, barnsteenzuur, glutaarzuur, adipinezuur, azelaïnezuur, sebacinezuur, tetrahydroftaalzuur, hexahydroftaalzuur, ftaalzuur, dichloorftaalzuur, isoftaalzuur, tereftaalzuur en/of trimellietzuur. Het carbonzuur kan ook worden toegepast in de vorm van een anhydride, bijvoorbeeld maleïnezuuranhydride of ftaalzuuranhydride. Bij voorkeur wordt als dicarbonzuur ftaalzuur toegepast. De polyesterhars bevat voorts desgewenst monocarbonzuren zoals synthetische en/of natuurlijke vetzuren met 4 tot 36 koolstofatomen of esters van dergelijke carbonzuren met veelwaardige alcoholen zoals glycerol. Geschikte monocarbonzuren zijn bijvoorbeeld de zg. voor-

77 0 7 6 6 9

loopvetzuren met 5 tot 10 koolstofatomen, heptaanzuur, pelargonzuur, isononaanzuur, laurinezuur, stearinezuur, oliezuur, linolzuur, linoleenzuur, cerotinezuur, benzoëzuur en/of tert. butylbenzoezuur.

- 5 Het vetzuurgehalte van de polyesterhars kan in het algemeen liggen tussen 0 en 60, bij voorkeur tussen 0 en 35 gew.% ten opzichte van de polyesterhars. Vanzelfsprekend kunnen mengsels van 2 of meer polyesterharsen eveneens worden toegepast.
- 10 Het hydroxylgetal van de niet met acrylzuur en/of methacrylzuur veresterde polyesterhars(en) ligt gewoonlijk tussen 55 en 550, bij voorkeur tussen 100 en 400.

- 15 De polyesterhars kan op elke geschikte wijze worden bereid, bijvoorbeeld door middel van het zgn. smeltproces door reactie der componenten onder verdamping van het bij de reactie vrijkomende water. Desgewenst kan echter ook worden gewerkt volgens het zgn. oplosmiddelproces, waarbij het water azeotropisch wordt verwijderd met bijvoorbeeld een organisch oplosmiddel zoals tolueen of xyleen en waarna
- 20 in het algemeen de vluchtige bestanddelen onder vacuum in de gewenste mate worden verwijderd.

- De verestering van de hydroxylgroepen bevattende polyester kan op geschikte wijze worden uitgevoerd. Gewoonlijk wordt eerst een polyesterhars bereid, welke een zo hoog hydroxylgetal, bijvoorbeeld een hydroxylgetal van 100 tot 400 bezit,
- 25 dat na de verestering de gemodificeerde polyesterhars het gewenste hydroxylgetal van 50 tot 250 bezit. De verestering kan plaatsvinden in een organisch oplosmiddel, bijvoorbeeld tolueen en xyleen, onder toepassing van een veresteringskatalysator bijvoorbeeld p-tolueensulfonzuur, naftaleen-
- 30 sulfonzuur en zwavelzuur.

- Desgewenst kunnen echter de polyestervormende componenten, tezamen met acrylzuur en/of methacrylzuur worden gepolycondenseerd, zodat de bereiding van de gemodificeerde
- 35 polyesterhars in één stap kan verlopen.

77 07669

De gemodificeerde polyesterhars bezit volgens de uitvinding een alkenisch onverzadigingsequivalentgewicht van 200 tot 10.000 gram, bij voorkeur van 250 tot 3500 gram. Onder het alkenisch onverzadigingsequivalentgewicht van de polyester wordt hier verstaan het aantal grammen van de polyester dat overeenkomt met 1 equivalent van de alkenisch onverzadigde groepen in de polyester. Bij voorkeur wordt deze onverzadiging voor 35 tot 100%, bij voorkeur voor 45 tot 100%, veroorzaakt door de aanwezigheid van de acrylzuur- en/of methacrylzuurgroepen.

De stralingshardbare bekledingscompositie bevat voorts in het algemeen één of meer vinylverbindingen, bijvoorbeeld in hoeveelheden van 5 tot 1900, bij voorkeur van 25 tot 900 gewichtsdelen per 100 gewichtsdelen van de gemodificeerde polyesterhars. Geschikte vinylverbindingen zijn onder meer styreen, divinylbenzeen, diallylftalaat en acrylzure of methacrylzure (hydroxy)esters van alcoholen met 1 tot 12 koolstofatomen zoals methanol, ethanol, butanol, ethyleenglycol, propyleenglycol, neopentylglycol, butaandiol, hexaandiol, polyethyleenglycol, glycerol, trimethylolethaan, trimethylolpropaan en pentaerythritol.

De stralingshardbare bekledingscompositie bevat voorts één of meer photo-initiatoren in een gebruikelijke hoeveelheid van 0,1 tot 10 gew.% ten opzichte van de ongemodificeerde polyesterhars en de vinylverbinding(en). Geschikte photo-initiatoren zijn, bijvoorbeeld aromatische carbonylverbindingen zoals benzoïne en ethers daarvan, zoals de methylether, de ethylether, de propylether en de tert.butylether, benzil, benzildimethylketaal, acetofenon, gesubstitueerde acetofenonen zoals diethoxyacetofenon, benzofenon, gesubstitueerde benzofenonen, Michler's keton en chloorthioxanton. Bij voorkeur wordt benzildimethylketaal toegepast. Desgewenst kunnen ook

77 07669

gekleurde verbindingen zoals aromatische azoverbindingen worden toegepast.

Volgens de uitvinding bevat de bekledingscompositie nog één of meer polyisocyanaten, waaronder hier verstaan worden verbindingen met ten minste 2 en ten hoogste 10 en bij voorkeur 2 of 3 isocyanaatgroepen per molecule. Het polyisocyanaat kan alifatisch, cycloalifatisch of aromatisch van aard zijn en bevat in het algemeen 6 tot 100 koolstofatomen en bij voorkeur 20 tot 50 koolstofatomen. Geschikte (ar)alifatische of cyclo(alifatische) diisocyanaten zijn bijvoorbeeld tetramethyleendiisocyanaat, hexamethyleendiisocyanaat, ω, ω' -dipropyletherdiisocyanaat, thiodipropyldiisocyanaat, cyclohexyl-1,4-diisocyanaat, isophorondiisocyanaat, dicyclohexylmethaan-4,4'-diisocyanaat, dicyclohexyldimethylmethaan-4,4'-diisocyanaat, xylyleendiisocyanaat, 1,5-dimethyl(2,4- ω -diisocyanatoethyl)benzeen, 1,5-dimethyl(2,4- ω -diisocyanatoethyl)benzeen, 1,3,5-trimethyl(2,4- ω -diisocyanatomethyl)benzeen en 1,3,5-triethyl(2,4- ω -diisocyanatomethyl)benzeen. Geschikte aromatische diisocyanaten zijn bijvoorbeeld tolueendiisocyanaat, difenylmethaan-4,4'-diisocyanaat, naftaleendiisocyanaat, 3,3'-bistolueen-diisocyanaat en 5,5'-dimethyldifenylmethaan-4,4'-diisocyanaat. Toepasbare triisocyanaten zijn bijvoorbeeld het adduct van 3 moleculen hexamethyleendiisocyanaat en 1 molecule water (verkrijgbaar onder het handelsmerk Desmodur N van Bayer), het adduct van 1 molecule trimethylolpropan en 3 moleculen tolueendiisocyanaat (verkrijgbaar onder het handelsmerk Desmodur L van Bayer) en de adducten van 1 molecule trimethylolpropan of 1 molecule water en 3 moleculen isophorondiisocyanaat. Een geschikt tetra-isocyanaat is bijvoorbeeld het adduct van 1 molecule pentaerythritol en 4 moleculen hexamethyleendiisocyanaat. Mengsels van twee of meer van de hiervoor bedoelde polyisocyanaten zijn eveneens toepasbaar. In het bijzonder

77 076 69

worden de adducten op basis van hexamethyleendiisocyaanaat tolueendiisocyaanaat of isophorondiisocyaanaat toegepast.

Volgens de uitvinding is het polyisocyaanaat in een zodanige hoeveelheid in de stralingshardbare bekledingscompositie aanwezig dat ten hoogste 1,3 equivalent isocyaanaat beschikbaar is per equivalent hydroxyl dat in de compositie aanwezig is. In het algemeen dient ten minste 0,7 equivalent isocyaanaat per equivalent hydroxylbeschikbaar te zijn. Bij voorkeur is 0,9 tot 1,1 equivalent isocyaanaat per equivalent hydroxyl ter beschikking.

De bekledingscompositie kan desgewenst nog andere additieven bevatten, bijvoorbeeld pigmentdispergeringsmiddelen, vloeimiddelen, vulstoffen, kleurstoffen, oplosmiddelen, polymerisatie-inhibitoren zoals een chinon of een hydrochinon of alkylether daarvan, p-tert.-butylcatechol, phenothiazine en koper, versnellers voor de UV-uithardende stap, bijvoorbeeld tertiaire aminen zoals triethanolamine en N-methyldiethanolamine en katalysatoren ter versnelling van de reactie tussen de polyester en het polyisocyaanaat nadat de compositie op de gewenste ondergrond is gebracht.

De applicatie van de bekledingscompositie op het substraat kan op elke gewenste wijze geschieden, bijvoorbeeld door kalanderen, walsen, spuiten, kwasten, besproeien, gieten, dompelen, door elektrostatisch spuiten en met behulp van een drukprocédé zoals offset. Bij voorkeur wordt de compositie aangebracht door walsen, spuiten, gieten of offset.

De bekledingscompositie kan met voordeel worden toegepast op een substraat uit een kunststof zoals polyvinylchloride, polystyreen, polyester en op metaalondergronden, bijvoorbeeld als automobiellak c.q. automobielreparatielak, en als zgn. "coilcoating" en "cancoating". Voorts kan de compositie worden toegepast als lak op bijvoorbeeld

77 07669

hout en multiplex; houtachtige materialen zoals spaanplaat, hardboard, zachtboard en gefineerde meubelplaat; en op karton en papier.

De uitharding van de stralingshardbare bekledingscompositie geschiedt volgens de uitvinding in 2 stappen. In de eerste stap wordt de compositie, nadat deze op het gewenste substraat is aangebracht, onderworpen aan de ultraviolette straling met een golflengte van 200 tot 600 nm en bij voorkeur van 300 tot 400 nm. Als UV-stralingsbron kan bijvoorbeeld dienen een kwik- of xenonlamp die onder hoge druk, onder middeldruk of onder lage druk werkt. Veelal toegepaste lampen zijn die van bijvoorbeeld Hannovia en Hok, met een stralingsenergie van 80 W/cm en HTQ-lampen met een energie van 29 W/cm. Desgewenst kunnen ook lampen met minder energie worden toegepast. De compositie behoeft slechts gedurende een fractie van een seconde tot enkele seconden te worden bestraald met het ultraviolette licht, teneinde al een zodanige droging te verkrijgen dat de bekledingslaag stofdroog is en in enige mate reeds een harde laag oplevert. In de tweede hardingsstap verkrijgt de bekledingslaag haar uiteindelijke hardheid ten gevolge van de voortschrijdende reactie tussen het polyisocyanaat en de hydroxylgroepen in de polyesterhars en de vinylverbinding(en). De tweede hardingsstap kan plaatsvinden bij temperaturen van bijvoorbeeld 130 tot 200°C gedurende 5 tot 10 minuten. Het is echter ook mogelijk deze harding te doen plaatsvinden bij ruimtetemperatuur gedurende een aantal dagen. Het blijkt dat na een harding gedurende zeven dagen de bekledingslaag veelal ongeveer dezelfde hardheid bezit als na een harding bij 160°C gedurende 10 minuten. Het uitvoeren van de tweede hardingsstap bij ruimtetemperatuur heeft als belangrijk voordeel dat deze harding geen energie verbruikt en geen investeringen vereist.

77 07669

De uitvinding wordt nader toegelicht aan de hand van de volgende, de uitvinding niet beperkende voorbeelden. Hierin wordt de hardheid bepaald volgens König (DIN 53157) welke wordt uitgedrukt in seconden. De flexibiliteit wordt bepaald volgens Erichsen (DIN 53156) en uitgedrukt in mm.

Bereiding ge(meth)acryleerde polyesters

Voorbeelden A-G

In een reactor voorzien van een roerder, een destillatiekolom, een waterafvoer, een thermometer en een gasinleidbuis werden allereerst de niet-gemodificeerde polyesters bereid door polycondensatie van de in Tabel 1 aangegeven verbindingen in de eveneens aangegeven hoeveelheden. In het polycondensatiemengsel was tevens tolueen aanwezig in een hoeveelheid van 5 gew.% ten opzichte van het polycondensatiemengsel. De polycondensatie werd uitgevoerd bij een temperatuur van 200-230°C gedurende 5-10 uur, waarbij het gevormde water azeotropisch werd verwijderd, tot een zuurgetal van 20 werd bereikt.

De verkregen ongemodificeerde polyesters bezaten een hydroxylgetal en een getalgemiddeld moleculair gewicht welke in Tabel 1 vermeld zijn. Na afkoeling tot 80°C werd de polyester verdund met tolueen tot een 80 gew.%-ige oplossing.

In een tweede stap werden de verkregen polyesters veresterd met 1,1-5,9 mol acrylzuur per mol polyester bij een temperatuur van 100°-130°C in tegenwoordigheid van 4 mmol p-tolueensulfonzuur per mol acrylzuur en van hydrochinon in een hoeveelheid van 0,2 gew.% ten opzichte van het totale reactiemengsel. Bij beëindiging van de verestering werd 0,18 g lithiumcarbonaat per mol oorspronkelijk aanwezig acrylzuur toegevoegd en werd het tolueen en de overmaat acrylzuur door vacuumdestil-

77 07669

latie verwijderd. Er werden gemodificeerde polyesters verkregen welke een hydroxylgetal en een getalgemiddeld moleculair gewicht bezaten welke in Tabel 1 vermeld zijn. Het acrylzuurgehalte (in molen) van de polyesters is eveneens in Tabel 1 aangegeven.

Tabel 1

		Voorbeeld						
Bestanddelen (molen)		A	B	C	D	E	F	G
10	Neopentylglycol			0,18			0,08	
	Pentaerythritol	0,25	0,25	0,32				
	Propyleenglycol			0,08				
	Diethyleenglycol		0,33			0,27		0,08
	Polyethyleenglycol (200)	0,23						
	Glycerol					0,45		
15	Trimethylolpropan				0,55		0,48	0,48
20	Ftaalzuuranhydride	0,40	0,46	0,49	0,46	0,37	0,46	0,23
	Adipinezuur					0,13		0,23
	Benzoëzuur							0,08
	Laurinezuur	0,19		0,03			0,04	
	Palmitinezuur				0,08		0,04	
	Acrylzuur	0,07	0,17	0,21	0,54	0,38	0,42	0,48
25	Hydroxylgetal	Niet-gemodificeerd						
		175	335	328	267	387	247	268
	polyester	Gemodificeerd						
		149	245	224	59	196	78	61
25	Mn polyester	Niet-gemodificeerd						
		1273	844	1322	898	538	931	869
		Gemodificeerd						
		1302	903	1431	1068	621	1071	1033

Voorbeelden I-XIV

Bekledingscomposities volgens de uitvinding werden bereid door de in Tabel 2 aangegeven verbindingen in de tevens aangegeven hoeveelheden met elkaar te mengen, naast nog 4 gewichtsdelen benzildimethylketaal als photo-initiator.

7707669

Tabel 2

Voorbeeld	Polyester		Hoeveel- heid vinyl- verbinding	Hoeveel- heid poly- isocyaanat- oplossing	Belichtings- tijd (sec.)
	Aard	Hoeveel- heid			
I	A	70	30	47	4
II	B	70	30	48	4
III	C	60	40	52	8
IV	D	50	50	22	4
V	E	50	50	17	4
VI	F	50	50	27	4
VII	G	50	50	22	4
VIII	D	60	40	112	12
IX	D	60	40	21	12
X	D	50	50	22	4
XI	D	50	50	29	4
XII	D	50	50	10	2
XIII	D	50	50	22	4
XIV	D	50	50	23	4

- 20 Als vinylmonomeer werd in de Voorbeelden I-VII en X-XIV polyethyleenglycoldiacrylaat toegepast, waarbij de glycol een getalgemiddeld moleculair gewicht van 200 bezat; in Voorbeeld VIII werd hydroxyethylacrylaat gebruikt en in Voorbeeld IX een mengsel van diallylsuccinaat (25%),
- 25 diallylglutaraat (50%) en diallyladipaat (25%).
- Als polyisocyaanat werd in de Voorbeelden I-X het adduct van 3 moleculen hexamethyleendiisocyaanat en 1 molecule water toegepast. In de voorbeelden XI-XIV werden toegepast

7707669

respectievelijk het adduct van 1 molecule trimethylolpro-
 paan en 3 moleculen tolueendiisocyaanaat; isophorondiiso-
 cyanaat; het adduct van 3 moleculen isophorondiisocyaanaat
 en 1 molecule water en ten slotte het adduct van 3 mole-
 5 culen isophorondiisocyaanaat en 1 molecule trimethylol-
 propaan. De polyisocyanaten werden in de Voorbeelden
 I-X toegepast als een 75 gew. %-ige oplossing in een
 mengsel van gelijke gewichtsdelen ethylglycolacetaat en
 xyleen, in Voorbeeld XI als een 75 gew. %-ige oplossing
 10 in ethylacetaat en in Voorbeeld XIII als een 70 gew. %-ige
 oplossing in een mengsel van gelijke gewichtsdelen ethyl-
 glycolacetaat en tolueen, terwijl in de Voorbeelden XII
 en XIV het polyisocyaanaat als zodanig werd toegepast.

De verkregen bekledingscomposities werden aangebracht
 15 op blik respectievelijk glas in een laagdikte (in natte
 toestand gemeten) van 10 μm in Voorbeeld I en van 60 μm
 in de andere voorbeelden. Hierna werden de bekledingslagen
 gedurende de in Tabel 2 aangegeven tijd (in seconden)
 belicht met een UV-lamp, type HOK 5 (vervaardigd door
 20 Philips).

Na de belichting met het ultraviolette licht werden de
 beklede substraten gedurende een in Tabel 3 aangegeven
 tijd bewaard bij een temperatuur van 20°C, waarna de hard-
 heid werd gemeten. De elasticiteit werd bepaald nadat de
 25 monsters waren bewaard op 20°C gedurende 7 dagen na de
 belichting.

Voorts werd een ander gedeelte van de bekledingslagen
 gemoffeld bij een temperatuur van 160°C gedurende 10 minu-
 ten om na te gaan of de daardoor verkregen hardheid in
 30 belangrijke mate afweek van de hardheid verkregen na ca.
 3 weken bij 20°C. Dit blijkt niet het geval te zijn.

77 07669

Tabel 3

Voorbeeld	Hardheid na						Hardheid na 10 min bij 160°C	Elasti- citeit
	2 uur	1 dag	4 dagen	1 week	2 weken	3 weken		
I	26	120	174	174	-	-	170	> 7
II	16	58	135	150	165	175	184	7
III	20	41	128	151	-	-	150	7
IV	81	130	149	160	178	196	192	5
V	84	105	150	180	185	185	187	6
VI	52	100	111	123	141	150	152	6
VII	77	127	146	143	162	172	186	6
VIII	66	135	199	194	210	-	207	6
IX	105	180	163	144	159	-	198	5
X	81	130	149	160	178	196	192	5
XI	70	140	169	180	200	210	200	5
XII	100	120	160	190	198	205	199	5
XIII	80	120	140	163	180	192	190	5
XIV	85	110	130	170	194	197	191	6

Vergelijkingsvoorbeelden XV en XVI

20 Ter vergelijking werd Voorbeeld II herhaald, echter met het verschil dat de photo-initiator werd weggelaten en dat niet werd belicht (Voorbeeld XV) of dat het poly-isocyaanaat werd weggelaten en dat gedurende 1,5 seconde werd belicht (Voorbeeld XVI).

25 Van de verkregen bekledingslagen werden de in Tabel 4 weergegeven waarden van de vermelde eigenschappen gemeten.

7707669

Tabel 4

Voorbeeld	Hardheid na			Hardheid na 10 min bij 160°C	Elasti- citeit
	2 uur	4 dagen	7 dagen		
XV	-	12	12	15	-
XVI	32	-	38	-	6

5

77 07669

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het bekleden van een substraat met een stralingshardbare bekledingscompositie op basis van een met acrylzuur en/of methacrylzuur veresterde polyesterhars, een vinylverbinding en een photo-initiator, waarbij de bekledingscompositie wordt gedroogd onder invloed van ultraviolet licht met een golflengte van 200 tot 600 nm, met het kenmerk, dat de met (meth)acrylzuur veresterde polyesterhars een hydroxylgetal van 50 tot 250 en een alkenisch onverzadigingsequivalentengewicht van 200 tot 10.000 gram bezit en dat de bekledingscompositie tevens een polyisocyanaat bevat in een hoeveelheid van 0,7 tot 1,3 equivalent isocyanaat per equivalent hydroxyl dat in de compositie aanwezig is.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de polyesterhars een alkenisch onverzadigingsequivalentengewicht van 250 tot 3500 gram bezit.
3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat de onverzadiging van de polyesterhars voor 35 to 100% wordt veroorzaakt door de aanwezigheid van acrylzuur- en/of methacrylzuurgroepen.
4. Werkwijze volgens een der conclusies 1-3, met het kenmerk, dat de polyisocyanaat aanwezig is in een hoeveelheid van 0,9 tot 1,1 equivalent per equivalent hydroxyl.
5. Werkwijze volgens een der conclusies 1-4, met het kenmerk, dat de polyisocyanaat 2 of 3 isocyanaatgroepen per molecule bezit.

77 07669

6. Werkwijze voor de bereiding van een stralingshardbare
bekledingscompositie volgens een der conclusies 1-5.

77 07669